PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2002-069623

(43)Date of publication of application: 08.03.2002

(51)Int.Cl.

C23C 14/34 C22C 19/07 G11B 5/851 H01F 10/16

(21)Application number: 2000-260372 (22)Date of filing :

30.08.2000

(71)Applicant: HITACHI METALS LTD

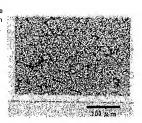
(72)Inventor: UENO TOMONORI MURATA HIDEO

TANIGUCHI SHIGERU

(54) Co-Cr-Pt-B BASED TARGET AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a Co-Cr-Pt-B based target having a fine and uniform structure. SOLUTION: The Co-Cr-Pt-B based target having a fine and uniform structure, can be obtained by controlling an average diameter of a cell, that is divided by a net work formed by a boride, to be 200 μ m.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

05.03.2001

Date of sending the examiner's decision of rejection

07.07.2006

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

テーマコート*(参考)

最終頁に続く

A 4K029

(51) Int.Cl.7

C 2 3 C 14/34

(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-69623

(P2002-69623A) (43)公開日 平成14年3月8日(2002.3.8)

C 2 2 C 19/07		C 2 2 C 19/07 C 5 D 0 0 6			
G 1 1 B 5/64 5/851		G11B 5/64 5D112 5/851 5E049			
H01F 10/16		H01F 10/16 審査請求 有 請求項の数7 OL (全 7			
(21)出願番号	特顧2000-260372(P2000-260372)	(71)出顧人 000005083 日立金属株式会社			
(22)出顧日	平成12年8月30日(2000.8.30)	東京都維区芝浦一丁目2番1号 (72)発明者 上野 友典 島根県安来市安東町2107番地2 日立金県 株式会社沿金研究所内			
		(72)発明者 村田 英夫 島根県安来市安来町2107番地2 日立金原 株式会社治金研究所内			
		(72)発明者 谷口 繁 島根県安米市安米町2107番地2 日立会 株式会社安米工場内			

FΙ

C 2 3 C 14/34

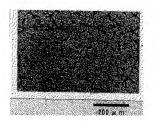
(54) 【発明の名称】 Co-Cr-Pt-B系ターゲットおよび磁気記録媒体

識別記号

(57)【要約】

【課題】 従来の鋳造ターゲットは結晶が相大かつ不均 一であり、磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性に ばらつきが生じる原因となっていた。

【解決手段】 ホウ化物で形成されているネットワーク によって分割されるセルの平均径を200 um以下とす ることにより、微細かつ均一な組織を有するСo-Сr -Pt-B系ターゲットとすることができる。



【特許請求の範囲】

「請求項!」 ホウ化物で形成されているネットワーク によって分割されるセルの平均径が200μm以下であ ることを特徴とするCo-Cr-Pt-B系ターゲッ

「請求項2] マトリクスの平均結晶粒径が40 um以 下であることを特徴とする請求項1に記載のCo-Cr -Pt-B系ターゲット。

【請求項3】 ホウ化物で形成されているネットワーク によって分割されるセルの平均径のばらつきが、ターゲ 10 【0005】鋳造ターゲットは、ある程度微細なチル ット表面部平均径a。/ターゲット中心部平均径amで 0.5~2.0であることを特徴とする請求項1ないし 2のいずれかに記載のCo-Cr-Pt-B系ターゲッ

【請求項4】 マトリクスの平均結晶粒径のばらつき が、ターゲット表面部平均粒径 b 。 / ターゲット中心部 平均粒径 b M で 0. 5~2. 0 であることを特徴とする 請求項1ないし3のいずれかに記載のCo-Cr-Pt B系ターゲット。

t%、10≤Cr≤30at%、残部実質的にCoから なることを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記 載のCo-Cr-Pt-B系ターゲット。

[請求項6] 0<(Ti+Zr+Hf+V+Nb+T</p> a + Mo + W + Mn + Re + Ru + Os + Rh + Ir + Ni+Pd+Cu+Ag+Au+C) <40 a t% $C\bar{b}$ ることを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載 OCo - Cr - Pt - B系ターゲット。

【請求項7】 非磁性基板上に請求項1ないし6のいず Pt-B系薄膜を少なくとも1層以上形成していること を特徴とする磁気配録媒体

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気ディスク装置 などに用いる磁気記録媒体の磁性膜を形成するために用 いられるCo-Cr-Pt-B系ターゲットおよび磁気 記録媒体に関するものである。

[0002]

が可能となるように発展してきており、Со系磁性膜に TaやPtの添加が行われてきた。さらに、Co系磁性 膜にBを添加することにより、磁気特性が著しく改善さ れることがJ. Appl. Phys. 84、6202

(1998). などに報告されている。

【0003】このCo系磁性膜を作製する方法として は、上述した文献等に記載されるようにスパッタリング 法などが使用できる。スパッタリング法においては、膜 組成の供給源となるターゲットが必要となる。上述のB が添加されたCo系磁性瞳を形成するために用いるター 50 s+Rh+Ir+Ni+Pd+Cu+Ag+Au+C)

2 ゲットは、通常、円筒型のFe製の鋳型に鋳込み、でき た鋳塊を所定の厚さにスライスして作製する。

[0004] 【発明が解決しようとする課題】本発明者は上述のJ.

Appl. Phys. 84, 6202 (1998), (C 記載されるようなCo系磁性膜を形成するためのターゲ ットについて検討を行った。その結果、作製した磁性膜 の保磁力や角型比といった磁気特性にばらつきが生じる 問題が発生した。

晶、粗大でかつ冷却方向に依存する柱状晶、そしてある 程度粗大な等軸晶とで形成されるため、結晶が粗大かつ 不均一であり、このことが磁性膜の保磁力や角型比とい った磁気特性にばらつきが生じる原因となっていた。本 発明の目的は、微細かつ均一な組織を有するCo-Cr Pt-B系ターゲットを提供することである。 [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者は、検討の結 果、円筒型のFe製の鋳型に鋳込み、できた鋳塊を所定 【請求項5】 1≤B≤15at%、5≤Pt≤30a 20 の厚さにスライスして作製したCo-Cr-Pt-B系 の鋳造ターゲットを使用した時の磁性膜の特性にばらつ きが生じる問題は、ホウ化物で形成されているネットワ ークによって分割されるセルすなわちデンドライトの大 きさに依存することを見いだし、本発明に到達した。 【0007】すなわち、本発明はホウ化物で形成されて いるネットワークによって分割されるセルの平均径が2 00μm以下であるCo-Cr-Pt-B系ターゲット

【0008】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲッ れかに記載のターゲットを用いて成膜したCo-Cr- 30 トは、マトリクスの平均結晶粒径が40 um以下である ことが好ましい。

[0009] さらに、本発明のCo-Cr-Pt-B系 ターゲットは、ホウ化物で形成されているネットワーク によって分割されるセルの平均径のばらつきが、ターゲ ット表面部平均径a。(以下、a。とする)/ターゲッ ト中心部平均径am (以下、am とする)で0.5~ 0であることが好ましく、マトリクスの平均結晶粒 径のばらつきが、ターゲット表面部平均粒径 b。(以 下、bsとする)/ターゲット中心部平均粒径bm(以 【従来の技術】従来、Co系磁性膜は高密度な磁気記録 40 下、bwとする)で0.5~2.0であることがより好 ましい。

> 【0010】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲッ トの好ましい組成としては1≤B≤15at%、5≤P t≤30at%. 10≤Cr≤30at%. 残部実質的 にCoである。さらに、Ti、Zr、Hf、V、Nb、 Ta, Mo, W. Mn, Re, Ru, Os, Rh, I r、Ni、Pd、Cu、Ag、AuおよびCから選ばれ る1種もしくは2種以上の元素を0<(Ti+Zr+H)</p> f + V + N b + T a + M o + W + M n + R e + R u + O

< 40 a t %含むことも可能である。

【0011】また、本発明のCo-Cr-Pt-B系タ ーゲットを用いてCo-Cr-Pt-B系磁性膜を成膜 することにより、磁気記録媒体の製造を安定して行うこ とが可能となる。

3

[0012]

「発明の実施の形態」本発明の最大の特徴は、Co-C 「-Pt-B系ターゲットにおいてホウ化物で形成され ているネットワークによって分割されるセルの平均径を 微細均一化にしたことにある。ホウ化物で形成されてい 10 るネットワークによって分割されるセルはターゲットの ホウ化物の分散度合いに大きな影響を与える。とのホウ 化物の分散度合いが、ターゲットを用いてスパッタリン グにより磁性膜を形成する際に、磁性膜の磁気特性の均 一性に影響を与えるものである。

【0013】そこで、本発明のCo-Cr-Pt-B系 ターゲットは、ホウ化物で形成されているネットワーク によって分割されるセルの平均径を微細均一化すること により、磁性膜の保磁力や角型比といった磁気特性のば らつきを抑制し、磁気記録媒体の安定製造をもたらすも 20 る。 のである。ホウ化物で形成されているネットワークによ って分割されるセルの平均径を200 mm以下と限定し た理由は、セルの平均径が200 umを超えると、磁性 腰の磁気特性の均一性が著しく劣化するためである。 【0014】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲッ トのホウ化物で形成されているネットワークによって分 割されるセルの平均径を微細化する方法としては、例え ば、ターゲットの鋳造時の冷却速度を早める方法があ

3. 過冷却が大きくなるので、鋳造時の冷却速度を速めると とにより、微細な等軸晶が比較的容易に形成される。そ のため、ホウ化物で形成されているネットワークによっ て分割されるセルは微細となる。鋳造時の冷却速度を速 める具体的な方法としては、鋳型自体の冷却能を高める 方法、インゴットの厚みを薄くする方法、鋳込み温度を 下げる等があるが、鋳型をCu等の冷却能の高い材質で 作制することや鋳型自体を水冷する方法などが挙げられ る。これらの方法を用いることで、より簡易にホウ化物 で形成されているネットワークによって分割されるセル 40 明する。 の平均径の微細化をすることが可能となる。また、溶解 ・鋳造を行う雰囲気も冷却速度に多少は影響を及ぼす が、ターゲット中の酸素等のガス成分が低減される真空 中で行うことが好ましい。

【0016】さらに、本発明のCo-Cr-Pt-B系 ターゲットにおいて、ホウ化物で形成されているネット ワークによって分割されるセルの平均径を200 μm以 下としたターゲット材に例えば熱間圧延や熱間鍛造のよ うな熱間塑性加工を行い、マトリクスを再結晶化させ、 マトリクスの平均結晶粒径を40μm以下とすることに 50 大には5αt%以上の添加を行うことにより顕著な効果

より、Co-Cr-Pt-B系スパッタ膜の磁性膜の保 磁力や角型比といった磁気特性のばらつきはさらに低減 されるため好ましい。

【0017】ホウ化物で形成されているネットワークに よって分割されるセルの平均径およびマトリクス平均粒 径を求める方法としては、例えば、作製したターゲット の表面部および中心部のミクロ組織をスパッタ面方向か ら光学顕微鏡で観察し、その観察写真を元に切断法によ り測定する方法を用いることが可能である。

【0018】また、本発明のCo-Cr-Pt-B系タ ーゲットにおいて、ホウ化物で形成されているネットワ ークによって分割されるセルの平均径およびマトリクス の平均結晶粒径にばらつきがあることも、膜特性のばら つき、特にスパッタ成膜時の経時変化の原因となるた め、ホウ化物が形成しているネットワークの平均径のば 5つきが、as /am で0.5~2.0であることによ りスパッタ時の経時変化が抑制できるため好ましく、さ らにその効果を得るためにはマトリクスの平均結晶粒径 のばらつきが、bs/bmとすることにより可能であ

【0019】 このようなホウ化物で形成されているネッ トワークによって分割されるセルの平均径のばらつきが 少ないターゲットは、例えば、鋳造時の冷却をより速く すること、インゴットの厚みを薄くすることにより、冷 却を速く均一に行うことにより可能となる。

【0020】また、マトリクスの平均結晶粒径のばらつ きの少ないターゲットは、例えば、熱間塑性加工時の加 工率等の熱間塑性加工条件を制御することにより作製可 能となる。具体的には、加工率が高過ぎると熱間塑性加 【0015】Bが添加された合金においては、凝固時の 30 工時の異方性によりばらつきが大きくなり、低過ぎると 再結晶がおきないため熱間塑性加工の効果が無い。ま た、熱間塑性加工として熱間圧延を行う際は、クロス圧 延を行うことにより圧延による組織の異方性があまり現 れないため好ましい。さらに、熱間塑性加工の前後に熱 処理を行って組織制御を行うことも可能である。

> 【0021】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲッ トの好ましい組成範囲は1≦B≦15at%、5≦Pt ≤30at%、10≤Cr≤30at%、残部実質的に Coである。以下各元素の添加量限定について詳しく説

[0022] Bは、膜中で粒界へ偏析し、Pt元素を粒 内へ偏析させる効果があり、さらにCr等の非磁性元素 も粒界へ偏析させる効果があり、これらの効果はlat %以上の添加で顕著になる。また、Bは非晶質化を促進 させる元素であり15at%を越える添加を行うと、膜 の結晶性を損ない、膜の磁気特性を劣化させるため、1 ≤B≤15at%が好ましい。

【0023】Ptは、Coに固溶することにより磁気異 方性を高め、膜の保磁力を上げる効果がある。保磁力増

5 が見られ、また、30 a t %を越える添加は、C o が本 来持つ特件である磁気異方性等の磁気特性を著しく低下 させるため、5≦Pt≦30at%が好ましい。

[0024] Crは、膜中で粒界へ偏析し、粒界を非磁 性にすることにより、強磁性Co粒を磁気的に分断する 効果があり、10at%未満の添加では、磁気的な分断 が十分では無く、また、30at%を越える添加は膜そ のものの磁化を低下させ過ぎるため、 $10 \le Cr \le 30$ a t%が好ましい。

[0025] Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, M o W Mn. Re. Ru. Os. Rh. Ir. Ni. Pd、Cu、Ag、AuおよびC添加は、磁気特性を改 善する添加元素として添加可能である。これらの元素は 少量の添加で効果が認められるが、総量で40at%を 越えると時の砂気特性および結晶性を著しく損なうため 0 < (T i + Z r + H f + V + N b + T a + M o + W +Mn+Re+Ru+Os+Rh+Ir+Ni+Pd+Cu+Ag+Au+C) <40a t%が好ましい。 [0026]

[実施例] (実施例1) Co-20Cr-10Pt-5 20 B (a t %) の組成を持つ φ 1 0 1 m m × 5 m m t の タ ーゲットを、表1に示す鋳造条件および熱間圧延条件で 作製した。作製したターゲットのスパッタ表面部および 厚み方向の中心部のそれぞれ中央から試験材(以下、T P)を採取し、そのTPからミクロ組織をスパッタ面方 向から光学顕微鏡で行い。 切断法によりホウ化物で形成 されているネットワークによって分割されるセルの平均 谷およびマトリクス平均粒径を測定した結果を表2に示 す。ただし、ホウ化物で形成されているネットワークに よって分割されるセルの平均径およびマトリクス平均粒 30 【表2】 径は、それぞれの表面部および中心部の平均値と1.か *

* [0027]また、熱間圧延を施していないターゲット のマトリクスは再結晶されておらずマクロ的な結晶で構 成されているため、厳密な平均粒径の測定が光学顕微鏡 では困難であったため測定不能とした。本発明のターゲ ットの代表的な組織として試料5および試料10のミク ロ組織写真をそれぞれ図1および2に示す。表1.表 2、図1および図2より鋳型の材質およびインゴット厚 を制御することにより、ホウ化物が形成しているネット ワークのセルの平均径を微細均一にすることが可能であ 10 ることがわかる。なお、表1の試料11,12に示され るセラミックスは、ロストワックス法により鋳造を行う 際に用いる鋳型である。

[0028] [表1]

インゴット厚 圧延率 試料 籍型材質 (mm) (%) 1 Cu 2 5 2 5 2 Cu 3 0 2 5 3 Cu 3 5 2 5 4 Cu 40 C 5 Cu 4 0 2 5 ß Cu 4 0 5 0 7 Fe 25 2 5 8 F e 3 5 0 9 Fe 3 5 2 5 10 Fe 4 0 2 5 11 セラミックス 25 2 5

4 0

25

セラミックス

1 2 [0029]

林	セル 平均径 (μm)	表面部 セル 平均径 (μm)	中心部 セル 平均径 (μm)	表面/中心 セル平均径 比率	復名
1	2 7	2 4	3 0	0.80	本発明例
2	3 5	3 1	3 9	0.79	本発明例
3	4 1	3 4	4 8	0.71	本発明例
4	5 3	4 0	6.5	0.62	本発明分
5	5 3	4.1	6.5	0.63	本発明例
6	5 7	4.4	6 9	D. 64	本発明例
7	8 3	6 7	9.8	D. 6 B	本発明例
8	101	70	132	0.53	本発明的
9	106	7 3	138	0.53	本発明5
10	1 2 5	7.9	170	0.46	本発明的
1.1	214	150	278	0.54	比較例
1 2	230	159	3 0 1	0.53	比較例

試料	マトリクス 平均粒径 (μm)	表面部 マトリクス 平均粒径 (μm)	中心部 マトリクス 平均粒径 (μm)	表面/中心 マトリクス 平均粒径 比率	備考
1	9	8	9	0.89	本発明例
2	11	10	1 2	0.83	本発明例
3	1 2	1.1	1 2	0.92	本発明例
4	-	-	-	-	本発明例
5	1 2	1 0	1 3	0.77	本発明例
6	11	8	1.4	0.57	本発明例
7	1 6	15	1 7	0.88	本発明例
8		-	-	_	本発明例
9	17	16	17	0.94	本発明伊
10	1 9	1.8	2 0	0.90	本発明伊
1 1	1.8	17	1 9	0.89	比較例
1 2	2 3	2 1	2 5	0.84	比較例

[0031] (実施例2) NiPメッキを施したA1基 板を用い、基板上に、基板温度150℃、Ar圧0.6 6Pa、DC電力500Wの条件でCr下地膜および表 B (at%)のターゲットで磁性膜を成膜した。

[0032]磁性膜の特性ばらつきを調査するため総成 膜時間が1時間から1時間間隔で5時間までの成膜基板 を作製し、VSM(振動試料型磁力計)で測定した保磁×

*力Hcの計測結果を表4に示す。ただし、表4は、各試 料の成績時間が1時間の時の保磁力を100とした相対 値で表した。表4よりホウ化物が形成しているネットワ 1の条件で作製した各種Co-20Cr-10Pt-5 20 〜クのセルの平均径およびマトリクスの平均結晶粒径を 微細均一にすることにより、スパッタ成膜時の膜特性の 安定化がなされていることがわかる。

> [0033] 【表4】

	保磁力(相対値)					傷老
1世村	1時間	2 10 M	3時間	4時間	5時間	-
1	100	100	100	9 9	9 9	本発明例
2	100	101	9 9	100	9 9	本発明例
3	100	101	102	100	100	本発明例
4	100	104	9 5	9 4	9 4	本発明例
5	100	98	101	102	9 7	本発明例
6	100	9 7	102	9 8	9 7	本発明例
7	100	100	103	9 6	9 7	本発明例
8	100	9 4	9 5	9.8	9 0	本発明例
9	100	102	9 6	9 6	9 3	本発明多
10	100	102	9 B	9 0	9 3	本発明例
1 1	100	9.0	9 1	101	8 7	比較例
1 2	100	98	102	8 9	8.8	比較例

5B (at%) の原料にTa、Zr、Cu、Mo、Ti およびNiをそれぞれ単独で2at%添加した組成を持 つゆ101mm×5mmtのターゲットを表5に示す鋳 告条件および熱間圧延条件で作製した。作製したターゲ ットの中心部のミクロ組織観察をスパッタ面方向から行 い。切断法によりホウ化物で形成されているネットワー

[0034] (実施例3) Co-20Cr-10Pt- 40 クによって分割されるセルの平均径およびマトリクス平 **始齢径を測定した結果を表6**に示す。表6より鋳型の材 質およびインゴット厚を制御することにより、ホウ化物 で形成されているネットワークによって分割されるセル の平均径を微細にすることが可能であることがわかる。 [0035]

【表5】

9

作製方法	鋳型材質	インゴット厚 (mm)	圧延率 (%)	
Α	Cu	3 0	2.5	
В	Cu	4 0	2 5	
С	セラミックス	4.0	2.5	

[0036]

* *【表6】

試料	添加元素	作製方法	セル平均径 (μm)	マトリクス 平均粒径 (µm)	信考
2 1	Ta	Α	3 5	10	本発明例
2 2	Ta	В	6.0	1 1	本発明例
2 3	Ta	С	280	19	比較例
2 4	Zr	A	3.0	1.1	本発明例
2 5	Z r	В	5.5	1.1	本発明例
2.6	Zr	С	270	. 13	比較例
2 7	Cu	Α	4 5	1 3	本発明例
2 8	Cu	В	6 5	1 3	本発明例
2 9	Cu	С	310	2 2	比较例
3 0	Мо	A	4 0	1 2	本発明例
3 1	Мо	В	7.0	1.4	本発明例
3 2	Мо	С	3 2 0	1 9	比較例
3 3	TI	Α	3 5	11	本発明例
3 4	TI	В	6 5	1 2	本発明例
3 5	ΤI	С	290	2 0	比較例
3 6	Ni	A	4 5	1 4	本発明例
3 7	N I	В	7 0	1 5	本発明例
3 8	NI	С	3 3 0	2 1	比較例

[0037]

[発明の効果] 本発明により、磁気ディスク装置用など の磁気配線媒体のCo-Cr-Pt-B系磁性膜の磁気 特性のばらつきを抑えたCo-Cr-Pt-B系ターゲ ットを供給することが可能となり、磁気配線媒体の製造 に欠かせない技術となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットの※

30※一実施例を示す表1の試料5のターゲット材をスパッタ 面方向から観察したミクロ組織を示す光学顕微鏡写真で ある。

[図2] 本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットの 一実施例を示す表1の試料10のターゲット材をスパッ タ面方向から観察したミクロ組織を示す光学顕微鏡写真 である。

(図1)



[図2]



【手続補正書】

[提出日] 平成13年3月5日(2001.3.5)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正内容】

【0018】また、本発明のCo-Cr-Pt-B系ターゲットにおいて、ホウ化物で形成されているネットワークによって分割されるセルの平均径およびマトリクス*

*の平均結晶粒径にばらつきがあることも、膜特性のばらつき、特にスパック成膜時の経時変化の原因となるため、ホウ化物が形成しているネットワークの平均径のばらつきが、 a_s/a_w で0.5~2.0~5本名ことによりスパッタ時の経時変化が抑制できるため好ましく、さらにその効果を得るためにはマトリクスの平均結晶粒径のばらつきが、 b_s/b_w で0.5~2.0とすることにより可能である。

フロントページの続き

F ターム(参考) 4K029 AA02 AA24 BA06 BA07 BA13 BA21 BA38 BD11 DC04 DC08 5D006 BB02 DA03 EA03 FA09 5D112 AA05 AA24 BB05 FA04 FB06 5E049 AA04 BA06